新疆维吾尔自治区药品监督管理局

中药配方颗粒标准

新 PF01452023

制白附子配方颗粒（试行）

Zhibaifuzi　Peifangkeli

【来源】本品为天南星科植物独角莲 *Typhonium giganteum* Engl.的干燥块茎经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取制白附子饮片 2200g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 25%～45%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品应为乳白色至黄色颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品 10g，研细，置索氏提取器中，加三氯甲烷-甲醇（3：1）混合溶液 100ml，加热回流 2 小时，提取液蒸干，残渣加丙酮 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取白附子对照药材 10g，同法制成对照药材溶液。再取β-谷甾醇对照品和 6-姜辣素对照品，加丙酮分别制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述对照品溶液 2~4μl、对照药材溶液 4~8μl、供试品溶液 10~20μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-丙酮-石油醚（60℃~90℃）（10：3：5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基键合硅胶为固定相，Acquity HSS T3（柱长为 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 260nm；理论板数按尿苷峰计算应不低于 5000。

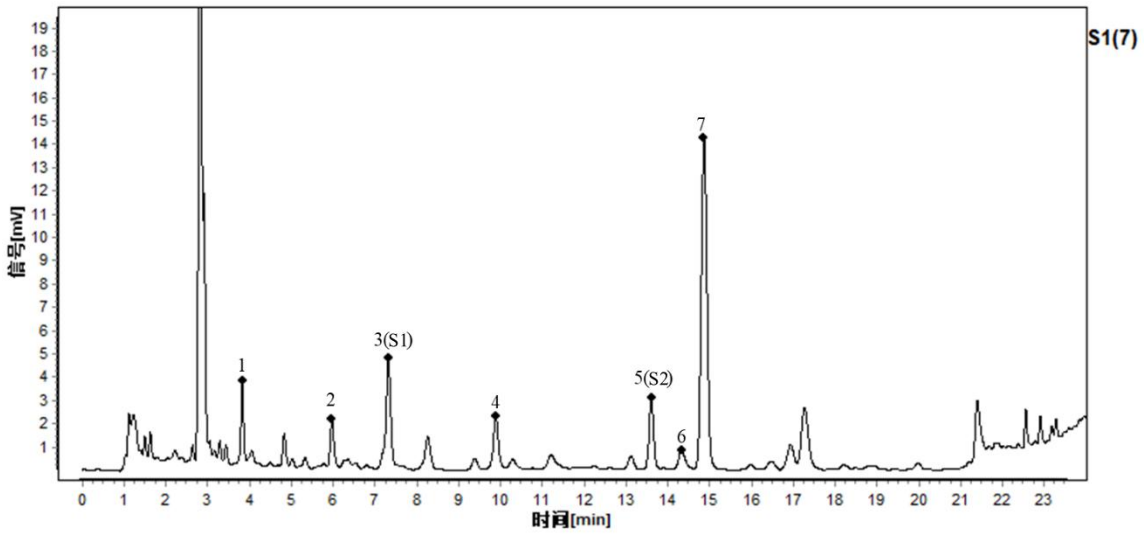
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	0	100
5~10	0→2	100→98
10~18	2→5	98→95
18~24	5→65	95→35

参照物溶液的制备 取白附子对照药材约 1g，置具塞锥形瓶中，加水 30ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）60 分钟，摇匀，放冷，滤过，取续滤液，即得对照药材参照物溶液；另取尿苷对照品、鸟苷对照品适量，精密称定，分别加水制成每 1ml 各含 1μg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同【含量测定】项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 3μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品特征图谱中应呈现 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱峰中的 7 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3、峰 5 应分别与尿苷、鸟苷对照品参照物保留时间相对应，与尿苷对照品参照物相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 2、峰 4 与 S1 峰的相对保留时间，与鸟苷对照品参照物相对应的峰为 S2 峰，计算峰 6、峰 7 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间均应在规定值的±10%范围之内，规定值为：0.52（峰 1）、0.82（峰 2）、1.35（峰 4）、1.06（峰 6）、1.10（峰 7）。



对照特征图谱

峰 3（S1）：尿苷；峰 4：腺苷；峰 5（S2）：鸟苷；峰 7：5-羟甲基糠醛

色谱柱：HSS T3，2.1mm×150mm，1.8μm

【检查】 **白矾限量** 精密称取本品粉末 5g 置坩埚中，缓缓炽热，至完全炭化，移至马弗炉中进行 450℃灰化 4h。取出放凉。在坩埚中缓慢加入稀盐酸 10ml，用表面皿覆盖坩埚，置水浴锅中加热 10min。表面皿用 5ml 热水冲洗，洗液并入坩埚中，滤过，坩埚及残渣用 100ml 水分次洗涤，合并滤液，滤液加 0.025%甲基红的乙醇溶液 1 滴，滴加氨试液至溶液显微黄色。加醋酸-醋酸铵缓冲液（PH6.0）20ml，精密加入 Na_2DETA 滴定液（0.05mol/L）25ml，煮沸 3~5min，放冷，加二甲酚橙指示液 1ml，即得。

测定法 用锌滴定液（0.05mol/ L）滴定至溶液自黄色转变为橙红色，并将滴定的结果用空白试验校正。

每 1ml 的 Na_2DETA 滴定液（0.05mol/ L）相当于 23.72mg 的 $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$。

本品含白矾以含水硫酸铝钾（$KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$）计，不得过 5.0%。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0104）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，应不得少于 1.5%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基键合硅胶为固定相（柱长为 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 260nm；理论板数按尿苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	0	100
5~10	0→2	100→98
10~18	2→5	98→95
18~24	5→65	95→35

对照品溶液的制备 取尿苷对照品适量，精密称定，加水制成每 1ml 含 1μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加水 30ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）20 分钟，取出，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 3μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含尿苷（$C_9H_{12}N_2O_6$）应为 0.07mg~0.23mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.2g

【贮藏】 密封

【注意】 孕妇慎用。